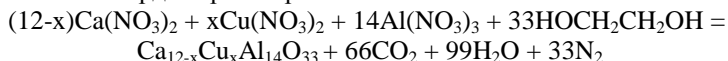


ленгликолем при температуре 1000°C, в течение 48 часов. Уравнение реакции синтеза твердого раствора:



С помощью анализа рентгеновских данных определены границы существования твердого раствора $\text{Ca}_{12-x}\text{Cu}_x\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$. Область гомогенности : $x = 0,0012..0,012$; графически зафиксировано изменение параметра элементарной ячейки с увеличением концентрации допанта. За пределами этой области (т.е. в зоне гетерогенности, при $x = 0,012..0,36$), на рентгенограмме наблюдается появление пиков второй фазы CuO .

Выбор меди в качестве допанта, основывается на относительной близости ионных радиусов ($R(\text{Ca}^{2+})=1\text{Å}$, $R(\text{Cu}^{2+})=0.73\text{Å}$) и на потенциале перехода, который попадает в интересующий нас интервал ($\text{Cu}^{2+} + 1\text{e}^- = \text{Cu}^{1+}$ $E^\circ=+0,159\text{В}$). Также учитывалась дешевизна и доступность материалов, которые используются при синтезе. На основе полученного твердого раствора синтезирована однофазная плотная керамика, серого цвета. Материал дополнительно исследован методами Фарадея, КР, ИК

1. Yang S., Hayashi K. // Chem. Mater. 2004, 16, P. 104-110.
2. Lacerda M., Irvine S., Glasser P. High oxide conductivity in $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ // Nature, 1988 V 332, P 325.
3. Tomoyuki I., Masahide H., Koichiro F. Crystal structure of $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{32}\text{Cl}_2$ and luminescence properties of $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{32}\text{Cl}_2 \cdot \text{Eu}^{2+}$ // Journal of Solid State Chemistry. 2008. V. 181. P. 51–55.

СИНТЕЗ И ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ГЕКСАМОЛИБДЕНОЦИНККАТА НАТРИЯ

Орешкина А.В.

Московский педагогический государственный университет
119021, г. Москва, ул. Малая Пироговская, д. 3

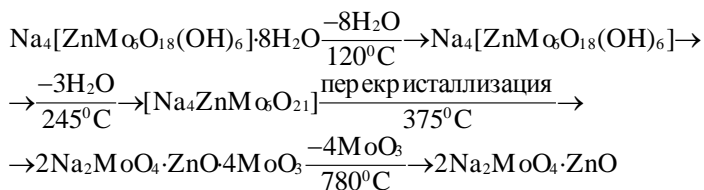
Гетерополисоединения (ГПС) представляют собой полиоксосо-единения, включающие гетерополианионы (ГПА), построенные из металло-кислородных октаэдров MO_6 как основных структурных единиц. ГПА может содержать один или несколько гетероатомов [1]. В настоящее время выделяют несколько типов ГПС: структуры Перлоффа, структуры Кеггина и структуры Доусона. Ранее автором были получены и исследованы различные гетерополимолибдаты аммония и комплексных неорганических катионов, относящихся к структурам типа Перлоффа, поэтому актуален синтез ГПС натрия.

Гексамолибденоцинкат натрия был получен по следующей методике: к горячему насыщенному раствору молибдата натрия, подкисленному азотной кислотой до pH 3, добавляли раствор нитрата цинка. Затем приливали десять мл 18%-ного раствора перекиси водорода. Полученную смесь нагревали в течение нескольких часов на водяной бане, затем охлаждали в эксикаторе. Спустя несколько суток выпадали белые кристаллы гексамолибденоцинка натрия состава $\text{Na}_4[\text{ZnMo}_6\text{O}_{18}(\text{OH})_6] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, которые отфильтровывали и несколько раз перекристаллизовывали. Для определения количественного и качественного состава ГПС был проведен масс-спектральный анализ, данные которого представлены ниже:

Na	Zn	Mo	O	H ₂ O
7,26	5,16	45,44	30,29	11,36
7,30	5,20	46,10	30,10	11,28

Термогравиметрический анализ показал наличие трех эндотермических и одного экзотермического эффектов. В соединении

$\text{Na}_4[\text{ZnMo}_6\text{O}_{18}(\text{OH})_6] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ первый эндоэффект (при 120°C) соответствует удалению восьми молекул кристаллизационной воды; второй (245°C) – выделению гидроксильных групп в виде трех молекул воды. При экзотермическом эффекте (при 375°C) происходит перекристаллизация и полное разрушение комплексного ГПА. Эндоэффект при 780°C соответствует удалению 4 молекул оксида молибдена. Схему термического разложения можно представить следующим образом:



Выше 780°C происходит полное разрушение ГПС, так как удаляется главная составляющая - оксиды молибдена.

1. Никитина Е.А. Гетерополисоединения. М.: Госхимиздат, 1962. 326с.